

**PROCEDIMIENTO PARA REGENERAR ACEITES USADOS POR**  
**DESMETALIZACIÓN Y DESTILACIÓN**

**CAMPO DE LA INVENCION**

La invención se relaciona, en general, con la regeneración de aceites usados; operación industrial que consiste en recuperar los aceites bases separándolos de los aditivos así como de sus productos de degradación y de los contaminantes adquiridos en su uso o recogida. Más concretamente, la invención se refiere a un procedimiento para regenerar aceites usados de origen petrolífero por desmetalización y destilación.

Los aceites refinados de origen petrolífero que se usan para fabricar lubricantes y otros aceites industriales se denominan bases lubricantes.

Los lubricantes y otros aceites industriales se formulan mezclando las bases lubricantes con aditivos, algunos de los cuales contienen metales (Ca, Zn, etc.), que les confieren las cualidades exigidas por el servicio que han de prestar (resistencia a la oxidación, a la cizalladura y a la temperatura, cualidades emulsificantes y antiespumantes, poca variación de la viscosidad con la temperatura, etc.).

Los aceites descartados, tras su servicio en motores u otras máquinas, se denominan aceites usados. La regeneración de aceites usados consiste en recuperar las bases lubricantes separándolas de los aditivos así como de sus productos de degradación (fracciones de petróleo más ligeras como nafta y gas-oil, y más pesadas como

asfaltos y coque) y de los contaminantes adquiridos en su uso o recogida, en talleres y estaciones de petróleo, tales como disolventes agua y glicoles.

#### **ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN**

La separación de los aditivos, productos de degradación y contaminantes de los aceites usados se realiza normalmente por procedimientos de destilación. En la patente WO 9407798 (Viscolube Italiana Sp, 1994) se describe un procedimiento típico de destilación que emplea temperaturas altas en la destilación a vacío (del orden de 350 °C) a fin de romper los aditivos, lo que también deteriora las bases lubricantes, que adquieren color y olor y contienen productos oxigenados. Para obtener bases lubricantes de calidad por destilación a alta temperatura es necesario recurrir a tratamientos de refino final por ácido y tierras o por hidrogenación, que son onerosos y complicados.

Además, las altas temperaturas empleadas producen ensuciamientos en los equipos industriales, lo que implica paradas del proceso para limpieza.

Como alternativa a la separación de los aditivos por destilación, se ha recurrido a la desmetalización química haciendo reaccionar los aditivos metálicos del aceite usado con reactivos que forman sales metálicas. Así, en la patente US 4247389 (Phillips Petroleum US, 1981) se trata el aceite usado con soluciones de fosfato amónico a temperaturas de 320-420 °C. Sin embargo, el tratamiento de desmetalización a estas temperaturas y la posterior destilación del aceite desmetalizado también producen

olor y color, y generan productos poco estables, lo que obliga a tratar las bases obtenidas por hidrogenación o por adsorbentes, con los inconvenientes de estos procesos de refino final, ya indicados.

Por otra parte, existen algunas referencias del uso de los hidróxidos alcalinos en la regeneración de aceites usados. Así, en la patente DE 3433336 (BUSS AG, 1985) se utiliza el tratamiento con hidróxidos alcalinos de los aceites usados antes de proceder a la separación de los aditivos y los asfaltos por destilación.

Otros procedimientos utilizan el tratamiento alcalino de las fracciones lubricantes obtenidas después de separar los aditivos y los asfaltos por destilación (US 4834868, F. J. Lappin 1989, y WO 9826031, Sotulub, Túnez 1997); o por extracción con disolventes y destilación (PCT/ES02/00354 Sener España 2002), consiguiendo de esta forma bases lubricantes que no requieren tratamientos de refino final por ácido/tierras o hidrogenación.

Sin embargo, no se han encontrado antecedentes de procedimientos que utilicen tratamientos con hidróxidos alcalinos antes, durante o después de la desmetalización química de los aceites usados.

La presente invención consiste en un procedimiento de desmetalización química seguido de una destilación del producto desmetalizado en presencia de hidróxidos alcalinos, ambas realizadas a temperaturas moderadas y en condiciones tales que se obtienen bases lubricantes con

buenas características de olor y color, acidez y corrosión a la lámina de cobre y cumpliendo otras especificaciones típicas de las bases lubricantes de primer refino.

#### **OBJETO DE LA INVENCION**

La presente invención tiene por objeto regenerar los aceites usados mediante un proceso de desmetalización química que no requiere tratamientos costosos de hidrogenación o por ácido y tierras, para conseguir bases lubricantes que cumplen las especificaciones de las bases de primer refino.

Es también objeto del procedimiento realizar la regeneración en condiciones moderadas de temperatura de forma que se eviten los ensuciamientos de los equipos y la necesidad de limpiezas frecuentes en las instalaciones de tratamiento del aceite usado.

Asimismo es objetivo del procedimiento que la regeneración se realice sin producir emisiones y olores, así como sin generar residuos sólidos contaminantes (residuos ácidos, tierras adsorbentes, etc.).

Finalmente, es también objetivo de la presente invención realizar la regeneración de aceites usados mediante un proceso industrial continuo que requiera baja inversión y que tenga costes de operación moderados, con rendimientos elevados, a fin de poder hacer competitivas instalaciones de capacidad moderada (15.000 - 30.000 t/a).

**DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION**

La presente invención proporciona un procedimiento de regeneración de aceites minerales usados para la obtención de bases lubricantes que comprende las siguientes etapas:

- (a) desmetalización del aceite mineral usado mediante tratamiento químico de dicho aceite con una solución acuosa de un reactivo químico que contiene aniones que forman sales poco solubles con los metales del aceite, seguido de separación del aceite desmetalizado;
- (b) destilación del aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a) a presión atmosférica y en presencia de hidróxidos alcalinos; y
- (c) destilación del residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) a vacío y en presencia de hidróxidos alcalinos para obtener bases lubricantes.

Dicho procedimiento puede realizarse en modo continuo o en modo discontinuo, preferentemente en modo continuo.

El término "sales poco solubles" en el contexto de la invención se refiere a sales que tienden a precipitar en el medio en el que se encuentran disueltas.

Se ha comprobado experimentalmente que la eliminación de los metales de los aditivos transcurre con rendimientos razonables de desmetalización (consiguiendo un contenido en metales del orden de 100 ppm), cuando los aceites se tratan con soluciones de fosfatos amónicos

(mono o diamónico) a temperaturas moderadas (120-180 °C), lo que permite realizar la operación sin deteriorar los aceites base, al no tener que recurrir a las temperaturas descritas en la bibliografía (del orden de 350 °C) para conseguir rendimientos de desmetalización altos (contenido en metales inferior a 10 ppm). Otras sales amónicas, cuyo anión tiene la característica de formar sales insolubles o poco solubles en agua con los metales presentes en los aceites usados, son igualmente efectivas como reactivos en la desmetalización. Así, por ejemplo, pueden utilizarse, además de los ya citados fosfato mono y diamónico, el fosfato triamónico, los sulfatos mono y diamónico, el bisulfato amónico y los polifosfatos amónicos o mezclas de dichas sales, cuyos aniones forman sales insolubles o poco solubles con los metales de los aditivos (principalmente Ca, Zn y Mg) o con otros metales presentes en los aceites usados (Pb, Fe, Cu y otros).

Así pues, en una realización particular del procedimiento de la invención, el reactivo químico empleado en la etapa (a) es una sal amónica; empleándose dicho reactivo en una proporción del 0,5 al 5% en peso de sal amónica con relación al aceite usado.

En otra realización particular, dicha sal amónica contiene aniones del grupo de los fosfatos y sulfatos, pudiendo ser dicha sal fosfato monoamónico o diamónico, o sulfato monoamónico o diamónico, o una mezcla de los mismos.

En una realización particular del procedimiento de la invención, el tratamiento químico de la etapa (a) se

lleva a cabo de forma continua en reactores tubulares, o en uno o varios reactores de mezcla total en serie o en una combinación de ambos sistemas, y en los que la reacción se realiza a temperaturas comprendidas entre 120 y 180 °C, a presiones entre 3 y 11 bar y con tiempos de residencia en los reactores entre 10 y 120 minutos.

En otra realización del procedimiento de la invención, la separación de la etapa (a) se realiza en continuo mediante descompresión adiabática que produce una vaporización súbita o "flash", de forma que se vaporice al menos una parte del agua y de los hidrocarburos y disolventes ligeros. Dichos hidrocarburos y disolventes ligeros se recogen y decantan tras su condensación.

El líquido obtenido tras la descompresión y vaporización súbita se enfría y se separa en un lodo que contiene las sales metálicas, una fase acuosa con el exceso de reactivo, y el aceite desmetalizado. La separación del aceite desmetalizado, del lodo de sales metálicas y de la fase acuosa con exceso de reactivo se realiza preferiblemente por centrifugación continua en una o dos etapas en serie.

Asimismo, se ha comprobado que cuando los aceites así desmetalizados se destilan a temperaturas moderadas en presencia de hidróxidos alcalinos, se consiguen bases lubricantes de calidad igual a la de las bases de primer refino, sin tener que recurrir a tratamientos de acabado por ácido y tierras o por hidrogenación, como es

necesario cuando se utilizan temperaturas elevadas en la desmetalización y en la destilación.

Por tanto, en otra realización del procedimiento la invención, en la etapa (b) el aceite desmetalizado se destila en continuo a presión atmosférica en presencia de hidróxidos alcalinos, de forma que destilan los restos de agua, hidrocarburos y disolventes ligeros, juntamente con el amoniaco desprendido por el efecto de los hidróxidos alcalinos.

En otra realización particular, el destilado se somete a condensación, seguida de decantación, de tal forma que se obtiene una fase orgánica que contiene hidrocarburos y disolventes ligeros, y una fase acuosa que contiene amoniaco. Los incondensables del destilado se lavan con agua o con solución acuosa de un ácido para retener el amoniaco en solución acuosa, la cual se adiciona a la fase acuosa amoniacal obtenida previamente.

A fin de realizar esta destilación atmosférica de forma simple y sometiendo el producto a la menor degradación posible, esta operación de destilación a presión atmosférica se realiza por calefacción indirecta mediante un fluido térmico a temperaturas inferiores a 300 °C. Preferiblemente, dicha destilación atmosférica se realiza de forma continua sometiendo el aceite desmetalizado a vaporización súbita o "flash" a temperaturas comprendidas entre 200 y 300 °C.

Según otra realización del procedimiento de la invención, en la etapa (c) el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) se destila a



vacío en columna de rectificación de forma continua en presencia de hidróxidos alcalinos, preferentemente a una presión comprendida entre 2 a 10 mbar en cabeza de columna y a una temperatura de la alimentación a la columna comprendida entre 310 a 335 °C, obteniéndose como cortes laterales un gasoil de vacío, una o varias fracciones de bases lubricantes y un residuo con características de fuel-oil o componente para asfalto.

Asimismo, en el procedimiento de la invención, para realizar la destilación a vacío de la etapa (c) en condiciones suaves (temperaturas inferiores a 330 °C), la columna de fraccionamiento opera preferiblemente a baja presión (2 a 10 mbar en cabeza), con baja pérdida de carga (relleno en lugar de platos o placas perforadas) y con calentamiento de alimentación a la columna mediante un aceite térmico a una temperatura inferior a 385 °C en un cambiador de calor tubular con gran velocidad de paso a través de los tubos.

Análogamente, la destilación atmosférica de la etapa (b) se efectúa preferentemente en un cambiador de calor tubular con gran velocidad de paso a través de los tubos, siendo el fluido calefactor que circula por el exterior de los mismos un aceite térmico preferentemente a una temperatura inferior a 300 °C.

Así pues, en una realización particular de la invención, las destilaciones de las etapas (b) y (c), es decir la destilación a presión atmosférica y la destilación a vacío, se realizan en cambiadores de calor tubulares, en los que el aceite desmetalizado obtenido en

la etapa (a), o el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b), circula a gran velocidad por el interior de los tubos y en los que el fluido calefactor por el exterior de los mismos es un aceite térmico que circula preferentemente a temperaturas inferiores a 300 °C en la destilación atmosférica y a 385 °C en la destilación a vacío.

Otra característica del procedimiento reivindicado es el empleo de proporciones de hidróxidos alcalinos comprendidos entre 0,5 y 5% en peso de aceite, mayores que las descritas en la bibliografía (generalmente inferiores a 0,5% en peso), ya que se requiere suficiente hidróxido para desplazar el amoníaco contenido en el aceite desmetalizado.

Así, en otra realización particular del procedimiento de la invención, el hidróxido alcalino empleado en las etapas (b) y (c) es hidróxido sódico o hidróxido potásico, o una mezcla de ambos, que se añade preferentemente en una proporción del 0,5% al 5% en peso con relación al aceite desmetalizado, más preferentemente en una proporción del 0,5% al 3%, de forma que dicha adición se realiza en su totalidad antes de la destilación atmosférica, o bien parte antes de la destilación atmosférica y parte antes de la destilación a vacío.

#### **DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS**

La figura 1 anexa ilustra el procedimiento de la invención, realizado de forma continua, tal y como se describe a continuación:

La corriente del aceite usado que se va a regenerar (1) y la de reactivo químico (2), fosfato amónico en solución acuosa, por ejemplo, se introducen en el dispositivo de reacción (A) donde se hacen reaccionar para formar las sales metálicas.

Como se ha comentado previamente, el dispositivo de reacción (A) puede ser un reactor tubular, uno o varios reactores agitados dispuestos en serie, o una combinación de ambos, donde preferiblemente se realiza la reacción a presión y de forma continua.

El producto que fluye del dispositivo de reacción (A) sufre una descompresión en (B) separándose unos vapores que se condensan en (C) y se decantan en dos fases en (D), dando lugar a una fase orgánica (3) de hidrocarburos y disolventes ligeros (en el rango de la gasolina y el queroseno) y una fase acuosa (4).

El líquido resultante de la descompresión en (B) se enfría en (E) y pasa al sistema de separación de fases (F). Aunque el sistema de separación de fases (F) puede ser una combinación de técnicas de decantación, filtración y centrifugación, en el procedimiento de la presente invención la separación de un lodo aceitoso que contiene las sales metálicas (6), una fase acuosa con el exceso de reactivo (7), y el aceite desmetalizado (5), se consigue ventajosamente por centrifugación continua en una o dos centrífugas en serie.

La solución acuosa que contiene el exceso de reactivo (7) puede reciclarse, al menos en parte, para

preparar de nuevo el reactivo químico (1), en tanto que la fase que contiene las sales metálicas (6) se envía a un gestor de residuos para su posterior procesamiento.

El aceite desmetalizado (5), mezclado con la solución de hidróxido alcalino (8) se somete a destilación atmosférica en continuo en (G), obteniéndose unos vapores que se condensan en (H) y se decantan en (I), obteniéndose de este modo una fase orgánica (9) de hidrocarburos y disolventes, de mayor punto de ebullición que los separados en la corriente (3), en el rango del queroseno y gas-oil ligero, y una fase acuosa (10) que contiene el amoniaco desplazado por el reactivo alcalino. Los incondensables que emite el decantador (I), se lavan con agua o con una solución acuosa de un ácido para retener el amoniaco que se adiciona a la solución acuosa amoniacal (10) obtenida previamente.

El fondo de la destilación atmosférica, opcionalmente con una segunda adición de hidróxido alcalino (8), se somete a rectificación en una columna de destilación a vacío (J), separando así un gas-oil de vacío (11), uno o varios cortes laterales de bases lubricantes (12) (como, por ejemplo, SN-150 Y SN-350) y un fondo de columna (13) que tiene características de fuel-oil o de componente asfáltico.

#### **EJEMPLOS**

Los ejemplos que figuran a continuación ilustran el procedimiento sin que la forma concreta de su realización constituya una limitación a las posibilidades de la invención.

Como aceite usado se utiliza un producto de las siguientes características:

Color: oscuro

Viscosidad (ASTM D 445) a 100 °C: 13,3 cst.

Agua (ASTM D 95): 5% en peso

Metales: 3.500 ppm (Ca 1.750 ppm, Zn 854 ppm).

Destilación ASTM D 1160

P.I. = 228 °C

P.F.= 520 °C

Volumen destilado: 88%

**Ejemplo nº1** (Tratamiento de desmetalización y destilación convencional)

Se mezclan 1000 g de aceite usado con una solución acuosa saturada que contiene 25 g de fosfato diamónico y se calientan durante 60 minutos a 150 °C en un autoclave a 6 bar provisto de agitación mecánica.

Tras la reacción, se descomprime el autoclave, condensando los vapores a través de un refrigerante y recogiendo un condensado acuoso del que, por decantación, se separan 20 g de hidrocarburos y productos clorados ligeros.

El contenido del autoclave, tras la descompresión, se enfría a temperatura ambiente y se centrifuga, separando 30 g de un lodo conteniendo los fosfatos metálicos (cinc, calcio, etc.), la fase acuosa conteniendo el exceso de fosfato amónico y 910 g de aceite desmetalizado conteniendo 123 ppm de metales (Zn: 30 ppm; Ca: 39 ppm).

Los 910 g de aceite desmetalizado se destilan a presión atmosférica hasta alcanzar 280 °C. Se obtienen así 35 g una fase orgánica (gas-oil ligero, disolventes, etc.) de la que se decanta el agua destilada quedando un residuo de destilación que contiene el aceite desmetalizado.

A continuación, se destila el residuo a vacío (15 mm de Hg) obteniéndose 61 g de gas-oil pesado, 393 g de aceite base ligero y 306 g de aceite base pesado quedando en el matraz de destilación un residuo de 114 g de fueloleo o componente asfáltico.

Los aceites base obtenidos tienen fuerte coloración (2,5 a 5,0), olor, acidez superior a 0,1 mg KOH/g y su espectro IR denota una notable concentración de productos oxigenados en la banda 1700 - 1730  $\text{cm}^{-1}$ , requiriendo un tratamiento adicional por tierras adsorbentes o por hidrogenación, para cumplir las especificaciones típicas de bases lubricantes de primer refino.

Para comprobar este aspecto se tomaron 250  $\text{cm}^3$  del aceite SN-350 obtenido (color: 5,5, acidez: 0,14) y se trataron con 4% de tierras de diatomeas y 1% de CaO durante 20 minutos a 130 °C; tras la reacción se enfrió la mezcla y se filtró por una placa de vidrio sinterizado.

El aceite obtenido tenía color 2,5, acidez: 0,04 y ligero olor.

El rendimiento en fracciones lubricantes es del 74% en peso sobre el aceite usado de partida en base seca, antes de estos tratamientos adicionales con tierras, y del 72% tras el tratamiento con tierras.

El ejemplo n° 1 muestra que realizando la destilación del aceite desmetalizado en condiciones de baja temperatura se consigue un aceite base con buenos rendimientos, pero con características que todavía exigen un tratamiento final con tierras o por hidrogenación.

**Ejemplo n°2** (Tratamiento según el procedimiento reivindicado)

Se desmetalizan 1000 g de aceite usado tal como se ha indicado en el ejemplo 1.

Los 910 g de aceite desmetalizado se mezclan con solución saturada de hidróxido potásico conteniendo 25 g de hidróxido potásico y se destilan a presión atmosférica hasta alcanzar 280 °C.

El destilado se recoge sobre agua para retener el amoníaco desprendido. Se obtiene así una solución amoniacal conteniendo 15 g de amoníaco, de la que se decantan 33 g de una fase orgánica conteniendo el queroseno, gas-oil ligero y los disolventes.

El residuo de la destilación atmosférica conteniendo el hidróxido sódico añadido previamente, se somete a rectificación a vacío (2 mm Hg), obteniéndose 55 g de aceite spindel (SN-80), 400 g de aceite base ligero (SN-

150) y 235 g de aceite base pesado (SN 350), quedando como residuo 200 g. El rendimiento en bases lubricantes es del 67% en peso sobre aceite usado en base seca.

Los aceites base obtenidos tienen características típicas de productos de primer refino y cumplen las especificaciones habituales del mercado para estos productos, sin necesidad de tratamientos ulteriores, tal como se indica a continuación:

	<u>SN-150</u>	<u>SN-350</u>	<u>SN-80</u>
Color (ASTM D 1500)	0,5+	1,5	0,5
Viscosidad cst a 40 °C (ASTM D445)	24	56	8,7
Acidez mg KOH/g (ASTM D664)	0,02	0,03	0,00
Agua % (Karl Fisher)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Punto de inflamación °C (ASTM D92)	236	243	----
Carbono Ramsbottom % (ASTM D524)	< 0,05	< 0,05	< 0,05

El ejemplo n° 2 demuestra que la desmetalización, seguida de una destilación, ambas realizadas en condiciones moderadas de temperatura y en presencia de un hidróxido alcalino, tal como se especifica en la presente invención, da lugar a aceites base con las características típicas de los aceites base de primer refino.



**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de regeneración de aceites minerales usados para la obtención de bases lubricantes que comprende las siguientes etapas:
  - (a) desmetalización del aceite mineral usado mediante tratamiento químico de dicho aceite con una solución acuosa de un reactivo químico que contiene aniones que forman sales poco solubles con los metales del aceite, seguido de separación del aceite desmetalizado;
  - (b) destilación del aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a) a presión atmosférica y en presencia de hidróxidos alcalinos; y
  - (c) destilación del residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) a vacío y en presencia de hidróxidos alcalinos para obtener bases lubricantes.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el reactivo químico empleado en la etapa (a) es una sal amónica; y porque dicho reactivo se emplea en una proporción del 0,5 al 5% en peso de sal amónica con relación al aceite usado.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la sal amónica contiene aniones del grupo de los fosfatos y sulfatos, pudiendo ser dicha sal fosfato monoamónico o diamónico, o sulfato monoamónico o diamónico, o una mezcla de los mismos.

4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (a) el tratamiento químico se lleva a cabo de forma continua en reactores tubulares, o en uno o varios reactores de mezcla total en serie o en una combinación de ambos sistemas; y en los que la reacción se realiza a temperaturas comprendidas entre 120 y 180 °C, a presiones entre 3 y 11 bar y con tiempos de residencia en los reactores entre 10 y 120 minutos.
5. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (a) la separación se realiza en continuo mediante una vaporización súbita o "flash", de forma que se vaporiza al menos una parte del agua y de los hidrocarburos y disolventes ligeros, que se recogen y decantan tras su condensación, y se obtiene un líquido que, tras enfriamiento, se separa en un lodo que contiene las sales metálicas, una fase acuosa con el exceso de reactivo y el aceite desmetalizado.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la separación del lodo que contiene las sales metálicas, la fase acuosa con el exceso de reactivo y el aceite desmetalizado se realiza por centrifugación continua en una o dos etapas en serie.
7. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (b) el aceite desmetalizado se destila en continuo a presión atmosférica en presencia de hidróxidos alcalinos, de

forma que destilan los restos de agua, hidrocarburos y disolventes ligeros, juntamente con amoniaco desprendido por el efecto de los hidróxidos alcalinos.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el destilado se somete a condensación, seguida de decantación, de tal forma que se obtiene una fase orgánica que contiene hidrocarburos y disolventes ligeros y una fase acuosa que contiene amoniaco.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque los incondensables del destilado se lavan con agua o con solución acuosa de un ácido para retener el amoniaco en solución acuosa, la cual se adiciona a la fase acuosa obtenida en la reivindicación 8.
10. Procedimiento según las reivindicaciones 7-9, caracterizado porque la destilación atmosférica se realiza de forma continua mediante vaporización súbita o "flash" a temperaturas comprendidas entre 200 y 300 °C.
11. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la etapa (c) el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b) se destila a vacío en columna de rectificación de forma continua en presencia de hidróxidos alcalinos, preferentemente a una presión comprendida entre 2 a 10 mbar en cabeza de columna y

a una temperatura de la alimentación a la columna comprendida entre 310 a 335 °C, obteniéndose como cortes laterales un gasoil de vacío, una o varias fracciones de bases lubricantes y un residuo con características de fuel-oil o componente para asfalto.

12. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las destilaciones de las etapas (b) y (c) se realizan en cambiadores de calor tubulares, en los que el aceite desmetalizado obtenido en la etapa (a), o el residuo líquido obtenido en la destilación atmosférica de la etapa (b), circula a gran velocidad por el interior de los tubos y en los que el fluido calefactor por el exterior de los mismos es un aceite térmico que circula preferentemente a temperaturas inferiores a 300 °C en la destilación atmosférica y a 385 °C en la destilación a vacío.
13. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el hidróxido alcalino empleado en las etapas (b) y (c) es hidróxido sódico o hidróxido potásico, o una mezcla de ambos, que se añade preferentemente en una proporción del 0,5% al 5% en peso con relación al aceite desmetalizado, más preferentemente en una proporción del 0,5% al 3%, de forma que dicha adición se realiza en su totalidad antes de la destilación atmosférica, o bien parte antes de la destilación atmosférica y parte antes de la destilación a vacío.

1/1

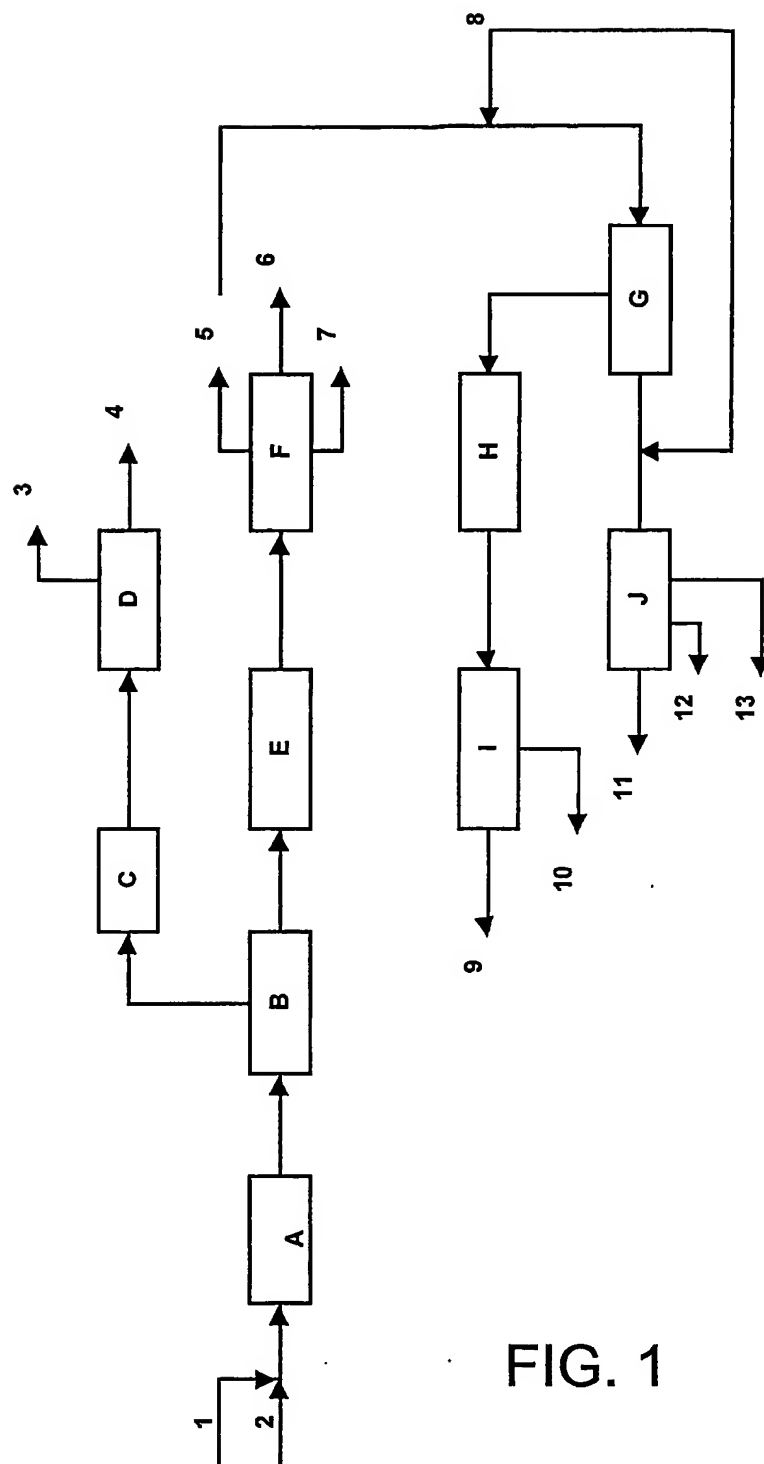


FIG. 1

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ ES 2004/000418

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

**IPC 7 C10M 175/02**

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

**IPC 7 C10M**

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

**OEPM PAT, EPO DOC, WPI, PAJ**

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	<p><b>ES 2169748 T (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 16.07.2002 pages 3-6.</b></p> <p><b>ES 2124879 T (SOCIETE TUNISIENNE DE LUBRIFIANTS-SO-TULUB) 16.02.1999, page 3, line 20- page 4, line 24.</b></p> <p><b>ES 2125208 T (BERNARD CHAVET) 01.09.2001, page 4, line 34- page 6.</b></p> <p><b>FR 2552098 A (BUSS AG. BASEL) 22.03.1985, page 5, line 30- page 8, line 21.</b></p> <p><b>US 6117306 A (FREDERIC MOREL, FRANCHEVILLE et al.) 12.09.2000, column 7, line 24-column 9, line 24.</b></p> <p><b>US 3930988 A (MARVIN M. JOHNSON) 06.01.1976, column 6, line 46-column 9, line 15.</b></p>	

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

**05 JAN 2005 (05.01.05)**

Date of mailing of the international search report

**31 JAN 2005 (31.01.05)**

Name and mailing address of the ISA/

**S.P.T.O.**

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/ ES 2004/000418

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
ES 2169748 T	16.07.2002	CA 2160652 A1 NO 954097 A NO 313296 B FR 2725725 A1 EP 0708174 A1 PL 310964 A1 PL 177602 B JP 8199185 A CN 1128789 A CN 1100854 B US 5759385 A US 5843384 A EG 20615 A DE 69524533 D DE 69524533 T	18.04.1996 18.04.1996 09.09.2002 19.04.1996 24.04.1996 29.04.1996 31.12.1999 06.08.1996 14.08.1996 05.02.2003 02.06.1998 01.12.1998 30.09.1999 24.01.2002 29.05.2002
ES 2124879 T	16.02.1999	WO 9421761 A1 CA 2159006 A1 FR 2703067 A1 MA 23144 A1 AU 6285794 A PL 310803 A1 PL 178021 B EP 0690903 A1 CZ 9502433 A3 CZ 290614 B HU 72015 A2 HU 215167 B BG 100012 A OA 10185 A RU 2107716 C1 AT 173490 T DE 69414699 D DE 69414699 T DK 690903 T RO 116092 B1 BG 63637 B1	29.09.1994 29.09.1994 30.09.1994 01.10.1994 11.10.1994 08.01.1996 29.02.2000 10.01.1996 17.01.1996 11.09.2002 28.03.1996 28.10.1998 29.11.1996 18.12.1996 27.03.1998 15.12.1998 24.12.1998 27.05.1999 02.08.1999 30.10.2000 31.07.2002
ES 2125208 T	01.09.2001	FR 2735785 A CA 2222704 A1 WO 9700928 A1 NO 976008 A EP 0835298 A1 US 6072065 A AT 201438 T DE 69612978 D DK 835298 T DE 69612978 T	27.12.1996 09.01.1997 09.01.1997 23.02.1998 15.04.1998 06.06.2000 15.06.2001 28.06.2001 27.08.2001 20.12.2001
FR 2552098 A1	22.03.1985	SE 8404696 A	22.03.1985

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/ ES 2004/000418

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
		DE 3433336 A1	28.03.1985
		AU 3304884 A	28.03.1985
		JP 60092390 A	23.05.1985
		CH 657867 A5	30.09.1986
		IT 1180226 B	23.09.1987
		AU 571266 B2	14.04.1988
		IN 162319 A1	30.04.1988
		CS 259521 B2	14.10.1988
US 6117306 A	12.09.2000	CA 2215594 A1	02.04.1998
		FR 2753985 A1	03.04.1998
		CN 1187526 A	15.07.1998
		CN 1093872 B	06.11.2002
US3930988 A	06.01.1976	NONE	-----



# INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº  
PCT/ ES 2004/000418

## A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

CIP<sup>7</sup> C10M 175/02

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y la CIP.

## B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

CIP<sup>7</sup> C10M

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

OEPM PAT, EPO DOC, WPI, PAJ

## C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
A	ES 2169748 T (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 16.07.2002 páginas 3-6.	1-13
A	ES 2124879 T (SOCIETE TUNISIENNE DE LUBRIFIANTS-SO-TULUB) 16.02.1999, página 3, línea 20-página 4, línea 24.	1-13
A	ES 2125208 T (BERNARD CHAVET) 01.09.2001, página 4, línea 34-página 6.	1-13
A	FR 2552098 A (BUSS AG. BASEL) 22.03.1985, página 5, línea 30-página 8, línea 21.	1-13
A	US 6117306 A (FREDERIC MOREL, FRANCHEVILLE et al.) 12.09.2000, columna 7, línea 24-columna 9, línea 24.	1-13
A	US 3930988 A (MARVIN M. JOHNSON) 06.01.1976, columna 6, línea 46-columna 9, línea 15.	1-13

☐ En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos ☒ Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T"	documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&"	documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.		
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.		

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.

05.Enero.2005 (05.01.2005)

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional

31 ENE 2005 31.01.2005

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional

O.E.P.M.

Funcionario autorizado

M<sup>a</sup> J. de Concepción Sánchez

C/Panamá 1, 28071 Madrid, España.

Nº de fax 34 91 3495304

Nº de teléfono + 34 91 3495542

**INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL**

Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional n°

PCT/ ES 2004/000418

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de publicación
ES 2169748 T	16.07.2002	CA 2160652 A1	18.04.1996
		NO 954097 A	18.04.1996
		NO 313296 B	09.09.2002
		FR 2725725 A1	19.04.1996
		EP 0708174 A1	24.04.1996
		PL 310964 A1	29.04.1996
		PL 177602 B	31.12.1999
		JP 8199185 A	06.08.1996
		CN 1128789 A	14.08.1996
		CN 1100854 B	05.02.2003
		US 5759385 A	02.06.1998
		US 5843384 A	01.12.1998
		EG 20615 A	30.09.1999
		DE 69524533 D	24.01.2002
		DE 69524533 T	29.05.2002
ES 2124879 T	16.02.1999	WO 9421761 A1	29.09.1994
		CA 2159006 A1	29.09.1994
		FR 2703067 A1	30.09.1994
		MA 23144 A1	01.10.1994
		AU 6285794 A	11.10.1994
		PL 310803 A1	08.01.1996
		PL 178021 B	29.02.2000
		EP 0690903 A1	10.01.1996
		CZ 9502433 A3	17.01.1996
		CZ 290614 B	11.09.2002
		HU 72015 A2	28.03.1996
		HU 215167 B	28.10.1998
		BG 100012 A	29.11.1996
		OA 10185 A	18.12.1996
		RU 2107716 C1	27.03.1998
		AT 173490 T	15.12.1998
		DE 69414699 D	24.12.1998
		DE 69414699 T	27.05.1999
		DK 690903 T	02.08.1999
		RO 116092 B1	30.10.2000
		BG 63637 B1	31.07.2002
ES 2125208 T	01.09.2001	FR 2735785 A	27.12.1996
		CA 2222704 A1	09.01.1997
		WO 9700928 A1	09.01.1997
		NO 976008 A	23.02.1998
		EP 0835298 A1	15.04.1998
		US 6072065 A	06.06.2000
		AT 201438 T	15.06.2001
		DE 69612978 D	28.06.2001
		DK 835298 T	27.08.2001
		DE 69612978 T	20.12.2001
FR 2552098 A1	22.03.1985	SE 8404696 A	22.03.1985

**INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL**

Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional n°

PCT/ES 2004/000418

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de publicación
		DE 3433336 A1	28.03.1985
		AU 3304884 A	28.03.1985
		JP 60092390 A	23.05.1985
		CH 657867 A5	30.09.1986
		IT 1180226 B	23.09.1987
		AU 571266 B2	14.04.1988
		IN 162319 A1	30.04.1988
		CS 259521 B2	14.10.1988
US 6117306 A	12.09.2000	CA 2215594 A1	02.04.1998
		FR 2753985 A1	03.04.1998
		CN 1187526 A	15.07.1998
		CN 1093872 B	06.11.2002
US3930988 A	06.01.1976	NINGUNO	-----